

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 81102835.6

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>: G 01 N 11/14

(22) Anmeldetag: 14.04.81

(30) Priorität: 10.07.80 CH 5288/80

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
20.01.82 Patentblatt 82/3

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
CH DE FR GB LI

(71) Anmelder: CONTRAVES AG  
Schaffhauserstrasse 580  
CH-8052 Zürich(CH)

(72) Erfinder: Diebold, Doushan  
Niederglattstrasse 19  
CH-8155 Niederhasli(CH)

(54) Rotationsrheometer sowie Verfahren zur Bestimmung der Normalkraft einer zwischen zwei Messflächen gesicherten Messsubstanz.

(57) Rotationsrheometer nach dem Kegel-Platte-Prinzip, mit einer Einrichtung zum Messen der Normalkraft, sowie ein Verfahren zur Messung der Normalkraft. Der Messkonus (20) ist an einer um eine Achse schwenkbaren Wippe (10) angeordnet, welche mit einer Positioniervorrichtung (63) gegen die Rückstellkraft eines Federelements (12) verstellbar ist. Ein erster Messwertgeber (41) misst den Verstellweg der Positioniervorrichtung und ein zweiter Messwertgeber (40) die auf das Federelement übertragene, auf den Messkegel einwirkende Normalkraft.

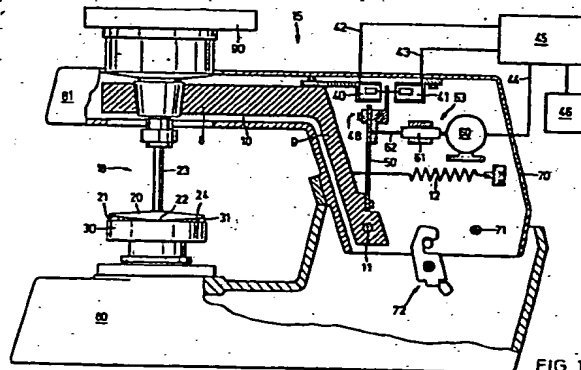


FIG. 1

EP 0 043 892 A1

Rotationsrheometer sowie Verfahren zur Bestimmung der  
Normalkraft einer zwischen zwei Messflächen gescherten  
Messsubstanz

Die Erfindung betrifft ein Rotationsrheometer nach dem Kegel-Platte-Prinzip mit einer Einrichtung zum Messen der Normalkraft einer zwischen zwei Messflächen gescherten Messsubstanz. Die Erfindung betrifft ausserdem  
5 ein Verfahren zur Messung der Normalkraft nach dem Kegel-Platte-Prinzip einer zwischen zwei Messflächen gescherten Messsubstanz. Messkegel und Messplatte sind übereinander angeordnet und schliessen zwischen ihren Messflächen die Messsubstanz ein. Bei einer entgegengesetzten Bewegung  
10 der beiden Messflächen wird die Messsubstanz geschert. Dabei entstehen bei einer viskoelastischen Messsubstanz neben den Tangential- auch Normalkräfte, welche die beiden Messflächen in axialer Richtung auseinanderdrücken. Diese Normalkräfte werden als Gesamtkraft auf den Kegel  
15 oder die Platte bestimmt.

Durch die DE-27 33 099 B1 ist ein Rotationsviskosimeter nach dem Platte-Kegel- oder Platte-Platte-Prinzip bekannt, bei dem die Kraftübertragung zwischen der unteren Mess-  
20 fläche und der Einrichtung zum Messen der Normalkraft durch ein gegenüber axialen Kräften sehr steifes, in anderer Richtung aber frei bewegliches Zwischenglied erfolgt. Die Messeinrichtung besteht im wesentlichen aus einem Stab, der die nach unten wirkende Normalkraft von  
25 der unteren Messfläche auf einen aus Stahl ausgebildeten Biegebalken mit aufgeklebtem Dehnungsmessstreifen überträgt.

Dieses wegarne Kraftmesssystem erfordert für exakte Messungen einen extrem starren mechanischen Aufbau, welcher mit hohen Herstellungskosten und einem grossen Ge-  
30 rätengewicht verbunden ist.

Es ist Aufgabe der Erfindung, ein kostengünstig herstellbares Rotationsrheometer mit nicht extrem starrem Aufbau und einem nicht extrem wegarmen Kraftmesssystem zu entwickeln, mit dem die Normalkraft einer gescherten Messsubstan-  
5       z substanz exakt gemessen werden kann.

Eine weitere Aufgabe der Erfindung ist die Entwicklung eines Verfahrens zur einfachen und exakten Messung der Normalkraft, wobei der Messvorgang im wesentlichen durch  
10       einen Rechner gesteuert und ausgewertet wird.

Die Aufgabe wird dadurch gelöst, dass eine erste der beiden Messflächen mittels einer Positioniervorrichtung relativ zur zweiten Messfläche axial verstellbar ist,  
15       dass eine Kraftmessvorrichtung die von der Positioniervorrichtung auf die erste Messfläche übertragene Kraft misst, dass ein Messwertgeber den Verstellweg der Positioniervorrichtung misst, und dass in einem Rechner die Messwerte für die Kraft und für den Verstellweg einander  
20       laufend zugeordnet werden.

Das Verfahren wird dadurch gelöst, dass beide Messflächen bis zu ihrer Berührung angenähert werden, und dass während der Annäherung der Verstellweg und die Normal-  
25       kraft gemessen und ihre Werte in einem Rechner gespeichert werden, wobei die Kraft als Funktion des Verstellweges in einer ersten Phase im wesentlichen konstant bleibt und in einer zweiten Phase ansteigt und der Verstellweg in dieser zweiten Phase mindestens 5,um beträgt.  
30

Das erfindungsgemässe Rotationsrheometer hat den Vorteil, dass eine aufklappbare Konstruktion möglich ist, welche eine einfache Reinigung und Präparation sowie eine Kontrolle des Messvorgangs erlaubt. Weitere Vorteile ergeben  
35       sich aus den Unteransprüchen.

Die Erfindung wird nun anhand der Zeichnung näher erläutert.

Es zeigen:

- 5      Fig. 1 eine Seitenansicht, teilweise im Schnitt,  
         eines erfindungsgemässen Rotationsrheometers;

Fig. 2 ein Weg-Kraft-Diagramm.

- 10    Das in der Figur 1 dargestellte Rotationsrheometer 15 besteht im wesentlichen aus zwei um eine Achse 71 schwenkbaren Teilen: dem Gerätefuss 80 und dem Gerätearm 81, sowie einem Rechner 45 und einer Anzeigevorrichtung 46. Auf dem Gerätefuss 80 ist eine Messplatte 30 mit der Mess-  
15    fläche 31 angeordnet. In der Messplatte 30 sind (in der Zeichnung nicht dargestellt, weil nicht zur Erfindung gehörend) eine Heizeinrichtung sowie ein Temperaturfühler eingebaut. Der Gerätearm 81 kann vor und nach einer Messung durch eine Arretiervorrichtung 72 festgelegt werden.  
20    Im Gehäuse 70 des Gerätearms 81 befindet sich eine um die Achse 11 schwenkbar gelagerte Wippe 10, welche vorzugsweise gewinkelt ist, und aus einem im wesentlichen waagrechten Arm 8 und einem im wesentlichen senkrechten Arm 9 besteht.

- 25    Am waagrechten Arm 8 ist eine Antriebs- und Drehmomentenmesseinrichtung 90 sowie ein Messteil 18, bestehend aus der Welle 23 und dem Messkegel 20, angeordnet. Das Gewicht an der Wippe 10 wird durch eine Ausgleichsfeder 12 nahezu  
30    kompensiert, welche am Gehäuse 70 und an der Wippe 10 angreift. Anstelle der Feder kann auch ein Ausgleichsgewicht an der Wippe fixiert werden.

- Am senkrechten Arm 9 ist eine Kraftmessvorrichtung 48, bestehend aus einer Blattfeder 50 und einem Messwertgeber 40,  
35

angeordnet. Anstelle einer Blattfeder kann aber auch eine Spiralfeder eingebaut werden. Die Spannkraft des Federelements 50 ist durch eine Positioniervorrichtung 63 verstellbar. Die Positioniervorrichtung 63 besteht aus  
5 einem Motor 60, einer Spindel 62 sowie einem Spindel-lager 61. Durch den Motor 60 kann die Spindel 62 in axialer Richtung bewegt werden. Der Druck der Spindel 62 auf das Federelement 50 wird auf die Wippe 10 und schliesslich auf den Messkegel 20 übertragen. Der Ver-  
10 stellweg der Spindel 62 wird durch einen am Gehäuse 70 angeordneten Messwertgeber 41 gemessen, während die Kraft des Federelements 50 auf die Wippe 10 durch einen mit der Wippe 10 verbundenen Messwertgeber 40 gemessen wird. Der Verstellweg der Spindel 62 als auch die Kraft der Spindel  
15 auf das Federelement kann aber auch unmittelbar an der Spindel 62 oder am Motor 60 gemessen werden.

Die Positioniervorrichtung 63 und die Kraftmessvorrichtung 48 können aber auch in einer im wesentlichen linearen An-  
20 ordnung direkt auf die Welle 23 und den Messkegel 20 wirken.

Anhand der Fig. 2 soll die Messmethodik zur Bestimmung der Normalkraft einer gescherten Messsubstanz erläutert  
25 werden. Das dargestellte Weg-Kraft-Diagramm zeigt auf der Abszisse den Weg der Spindel 62 in axialer Richtung und auf der Ordinate die Kraft, welche auf den Messkegel in axialer Richtung ausgeübt wird. Der Weg der Spindel 62 wird durch den Messwertgeber 41, und die Kraft auf den  
30 Messkegel 20 durch den Messwertgeber 40 bestimmt.

Befindet sich keine Messsubstanz zwischen den Messflächen, so bewegt sich der Messkegel 20 gegen den im wesentlichen konstanten Kraftüberschuss der Feder 12 relativ zur Mess-  
35 fläche 31, bis die Konusspitze 22 die Messfläche 31

berührt. Entsprechend erscheint auf dem Weg-Kraft-Diagramm eine nahezu horizontal verlaufende Gerade 5, die nach einem Knickpunkt 6 in eine steil ansteigende Gerade 1 übergeht. Der Knickpunkt 6 entsteht bei der Berührung der Kegelspitze 22 mit der Messfläche 31.

Befindet sich zwischen den Messflächen eine Messsubstanz, so wird durch diese auf den rotierenden Messkegel 20 eine in axialer Richtung wirkende Normalkraft ausgeübt. Auf dem Weg-Kraft-Diagramm erscheint die im allgemeinen nicht lineare Normalkraftkurve 2, welche nach einem Knickpunkt 4 im wesentlichen linear ansteigt. Der Knickpunkt 4 entsteht bei der Berührung der Kegelspitze 22 mit der Messfläche 31.

Die Normalkraft 3 der gescherten Messsubstanz 24 auf den Messkegel 20, unmittelbar bei der Berührung der Kegelspitze 22 mit der Messfläche 31, ist die Differenz der beiden Kräfte, welche beim Knickpunkt 4 und beim Knickpunkt 6 gemessen werden.

Um den Knickpunkt 4 exakt bestimmen zu können, wird die Normalkraftkurve 2 in seiner Umgebung mehrmals durchlaufen, und der entsprechende Kraftwert nach einem Interpolationsverfahren bestimmt. Vorteilhafterweise wird dazu ein Rechner 45 eingesetzt, welcher über Signalleitungen 42, 43, 44 mit den beiden Messwertgebern 40, 41 und dem Motor 60 verbunden ist, und mit welchem der Messvorgang gesteuert und die Messdaten ausgewertet werden. Die Messwerte werden, entsprechend den Anforderungen der Benutzer, durch eine Anzeigevorrichtung in numerischer Form oder durch ein Schreibgerät in graphischer Darstellung angezeigt.

Patentansprüche

1. Rotationsrheometer (15) nach dem Kegel-Platte-Prinzip mit einer Einrichtung zum Messen der Normalkraft einer  
5 zwischen zwei Messflächen (21, 31) gesicherten Messsubstanz (24), dadurch gekennzeichnet, dass eine erste der beiden Messflächen (21 bzw. 31) mittels einer Positioniervorrichtung (63) relativ zur zweiten Messfläche (31 bzw. 21) axial verstellbar ist, dass eine  
10 Kraftmessvorrichtung (48) die von der Positioniervorrichtung (63) auf die erste Messfläche (21 bzw. 31) übertragene Kraft misst, dass ein Messwertgeber (41) den Verstellweg der Positioniervorrichtung (63) misst, und dass in einem Rechner (45) die Messwerte für die  
15 Kraft und für den Verstellweg einander laufend zugeordnet werden.
2. Verfahren zur Messung der Normalkraft nach dem Kegel-Platte-Prinzip einer zwischen zwei Messflächen (21, 31)  
20 gesicherten Messsubstanz, dadurch gekennzeichnet, dass beide Messflächen (21, 31) bis zu ihrer Berührung ange-  
nähert werden, und dass während der Annäherung der Verstellweg und die Normalkraft gemessen und ihre Werte in  
einem Rechner (45) gespeichert werden, wobei die Kraft  
25 als Funktion des Verstellwegs in einer ersten Phase im wesentlichen konstant bleibt und in einer zweiten Phase ansteigt und der Verstellweg in dieser zweiten Phase  
mindestens 5 µm beträgt.
- 30 3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die zweite Phase mehrmals durchlaufen wird.

4. Rotationsrheometer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass ein Messkegel (20) an einer um eine Achse (11) schwenkbaren Wippe (10) angeordnet ist, der mittels einer gegen die Rückstellkraft eines an der Wippe (10) angeordneten Federelements (50) wirkenden Positioniervorrichtung (63) bezüglich der Messfläche (31) verstellbar ist, und dass ein erster Messwertgeber (41) den Verstellweg der Positioniervorrichtung (63) und ein zweiter Messwertgeber (40) am Federelement (50) die darauf übertragene, auf die Messfläche (21) des Messkegels (20) axial wirkende Kraft misst.
5. Rotationsrheometer nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Wippe (10) gewinkelt ausgebildet ist.



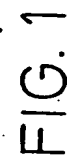


FIG. 1

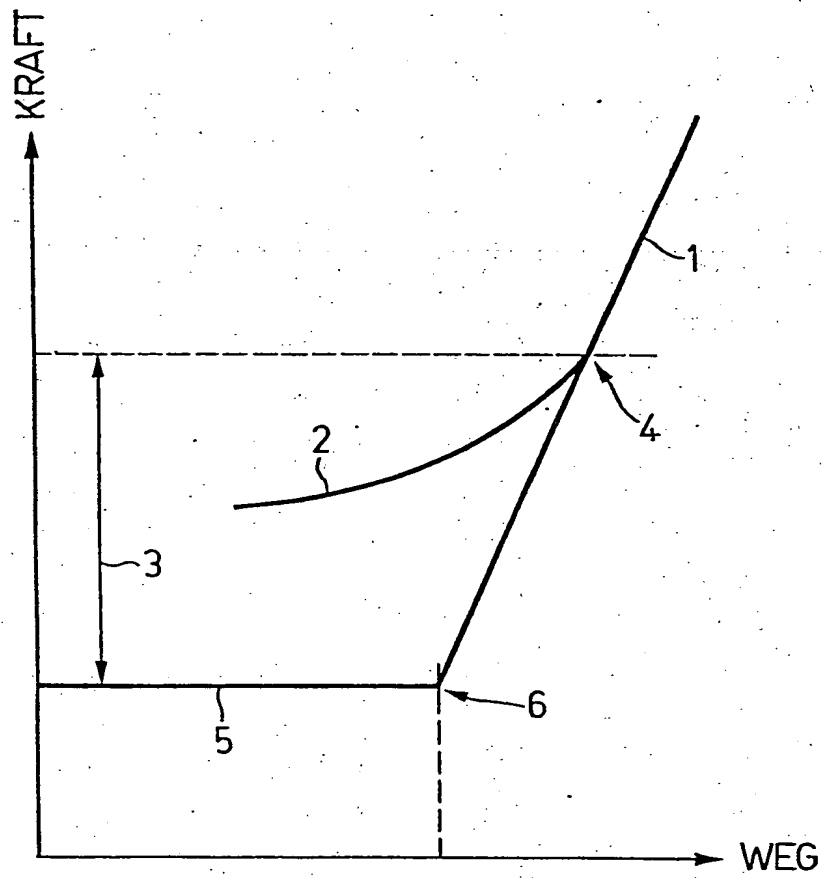


FIG. 2



EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG. (Int. Cl.)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	INDUSTRIAL LABORATORY, Band 41, Nr. 6, Juni 1975, Seiten 901-902 New York, U.S.A. D.G. BORISOV et al.: "An attachment to a rotational viscometer for measuring the normal stresses in polymer melts" * Insgesamt *	1, 4	G 01 N 11/14
A	DE - A - 2 149 720 (W.O. SOMMER) * Seite 4, Zeilen 1-21; Figuren 1, 2 *	1	
A	US - A - 3 807 221 (T.D. BROWN et al.) * Spalte 3, Zeile 27 - Spalte 4, Zeile 18; Figur 1 *	1	G 01 N 11/14 11/16 11/10
DA	DE - B - 2 733 099 (BRABENDER) * Spalte 1, Zeilen 1-14; Figur 1 *	1	
A	US - A - 2 752 778 (J.E. ROBERTS et al.) * Spalte 4, Zeilen 13-26; Figur 1 *	1	
A	GB - A - 1 365 677 (THE SECRETARY OF STATE FOR TRADE AND INDUSTRY) * Seite 1, Zeile 87 - Seite 2, Zeile 90; Figur 1 *	1	
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.</p> </div>			<b>RECHERCHIERTES SACHGEBIETE (Int. Cl.)</b>  <b>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</b> X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
Recherchenort Den Haag		Abschlußdatum der Recherche 15-10-1981	Prüfer ANTHONY

